# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND





## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

199 28 123.8

**Anmeldetag:** 

19. Juni 1999

Anmelder/Inhaber:

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe/DE;

Bayer AG, Leverkusen/DE.

Bezeichnung:

Statischer Mikrovermischer

IPC:

B 01 F 5/06

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 27. Juli 2000

**Deutsches Patent- und Markenamt** 

Der Präsident

Im Auftrag

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH

Bayer AG

Karlsruhe, den 17. Juni 1999 PLA 9937 We/la

Leverkusen, den 17. Juni 1999

Statischer Mikrovermischer

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH

Bayer AG

Karlsruhe, den 17. Juni 1999 PLA 9937 We/la

Leverkusen, den 17. Juni 1999

#### Patentansprüche

- Statischer Mikrovermischer mit wenigstens einer Mischkammer 4 und einem vorgeschalteten Führungsbauteil 1 für die getrennte Zuführung von zu mischenden oder zu dispergierenden Fluiden a und b, welches mit schräg zu der Mikrovermischerlängsachse verlaufenden schlitzförmigen Kanälen 5a und 5b durchzogen ist und bei dem sich die Kanäle 5a und 5b berührungslos im Wechsel kreuzen und in eine Mischkammer 4 einmünden, dort einen gemeinsamen Austrittsquerschnitt bilden und an der Austrittsseite 3a, b eine Steghöhe zwischen benachbarten Austrittskanälen kleiner 500 μm, bevorzugt kleiner 150 μm, aufweisen, dadurch gekennzeichnet, daß sich die Kanäle 5a und 5b für mindestens ein Teil der zu vermischenden Stoffströme a und b im Querschnitt in Richtung der Eintrittsseite vergrößern.
- 2. Mikrovermischer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die schlitzförmigen Kanäle 5a bzw. 5b über die ganze oder ein Teil der Länge mit in Strömungsrichtung ausgerichteten Stegen 6 versehen sind.
- 3. Mikrovermischer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in Strömungsrichtung gesehen hinter der Austrittsöffnung 3a bzw. 3b des Führungsbauteiles 1 ein Gitter 13, Netz oder ein gleichwirkenden, die Strömung unterteilenden Gebilde ausgestattet ist.

- 4. Mikrovermischer nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kanäle 5a und 5b des Führungsbauteiles 1 jeweils einzeln durch Drahterosion in einen elektrisch leitfähigen Grundkörper eingearbeitet sind, wobei die Kanäle jeweils eines Stoffstromes alternativ im Führungsbauteil durch einen ununterbrochenen Schnitt nach Art eines Kammschnittes in den Grundkörper eingearbeitet sind und die Kanäle verbindenden Hilfsschnitte 10a und 10b an den Kanaleintrittsseiten 2a und 2b sowie auf den Kanalaustrittsseiten 3a und 3b mit jeweils einer Platte 11 bzw. 12 abgedeckt sind.
- 5. Mikrovermischer nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Führungsbauteil 1 durch schichtweises Laserschmelzen von Metallpulver hergestellt ist, wobei die Kanalbereiche 5a und 5b nicht aufgeschmolzen und durch nachträgliches Entfernen des nicht geschmolzenen Pulvers gebildet sind.

4

- 6. Mikrovermischer nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Führungsbauteil 1 aus Kunststoff durch schichtweises Erhärten eines Kunststoffes mittels eines Laserstereolithographieverfahrens (Rapid Prototyping) hergestellt ist, wobei die Kanalbereiche 5a und 5b nicht belichtet und damit nicht gehärtet und durch nachträgliches Entfernen des nicht belichteten und nicht gehärteten Kunststoffes gebildet sind.
- 7. Mikrovermischer nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Führungsbauteil 1 durch schichtweises Lasersintern von Keramikpulver hergestellt ist, wobei die Kanalbereiche 5a und 5b nicht gesintert und durch nachträgliches Entfernen des nicht gesinterten Keramikpulvers gebildet sind.

#### Statischer Mikrovermischer

Die Erfindung betrifft einen statischen Mikrovermischer mit einer Mischkammer und vorgeschaltetem Führungsbauteil für die getrennte Zuführung von zu mischenden oder zu dispergierenden Fluiden zu der Mischkammer gemäß Oberbegriff von Anspruch 1.

Aus der DE 44 16 343 C2 ist ein Mikro-Vermischer mit wenigstens einer Mischkammer und einem vorgeschalteten Führungsbauteil für die getrennte Zufuhr von zu mischenden Fluiden zu einer Mischkammer bekannt, wobei das Führungsbauteil mit Ausdehnungen im Millimeterbereich aus mehreren, übereinander geschichteten Folien mit einer jeweiligen Dicke von ca. 100 µm Dicke zusammengesetzt ist, in die die Kanäle als Mikrostrukturen eingearbeitet sind. Die gerade verlaufenden, im Querschnitt gleichbleibenden Zuführungskanäle verlaufen schräg zur Mikrovermischer-Längsachse, wobei die Kanäle benachbarter Folien sich berührungslos kreuzen und in die gemeinsame Mischkammer ausmünden. Die Kanäle haben eine Breite kleiner 250 µm bei einer Höhe von ca. 70 µm und einer Stegstärke zwischen zwei Kanälen von ca. 15 µm. Die einzelnen Folien können beispielsweise durch Diffusionsschweißen zu einem homogenen vakuumdichten und druckfesten Mikrostrukturkörper verbunden werden, wobei als Abschluß auf die jeweils erste und letzte Folie eine Deckplatte aufzubringen ist.

Ein ähnlicher Mikro-Vermischer, bei dem bei sonst gleichem Aufbau und Funktionsprinzip die Zuführungskanäle von für zwei zu mischenden oder zu dispergierenden Fluiden bogenförmig verlaufend parallel zueinander in die Mischkammer ausmünden, wird in DE 195 40 292 C1 beschrieben. Durch diese Anordnung verspricht man sich eine über den gesamten Ausströmquerschnitt gleichmäßig hohe und schnelle Vermischung in der Mischkammer. Die Führungskanäle haben einen gleichbleibenden Querschnitt mit Breiten kleiner 250 µm, die Folien, in denen die Kanalstrukturen eingerarbeitet werden, eine Dicke von ca. 100 µm.

Eine weitere Möglichkeit, den Mischprozeß zu optimieren, beschreibt WO97/17130. Durch eine Zusammenlegung von Einzelkanälen zu einem schlitzförmigen Kanal pro Folie erhält der Mikrovermischer durch den Wegfall der Stege zwischen den Einzelkanälen ein günstigeres Verhältnis von Volumenstrom zu Kanalwandfläche und damit eine Reduktion der Reibungsdruckverluste im Führungsbauteil.

Die Aufgabe der Erfindung besteht ausgehend von dem zuletzt beschriebenen Stand der Technik darin, bei einem statischen Vermischer der gattungsgemäßen Bauart das Führungsbauteil für die Zuführung der zu vermischenden Fluide zur Mischkammer so zu gestalten, daß eine weitere Verminderung der Druckverluste der Fluide im Führungsbauteil zwischen Eintritts- und gemeinsamer Austrittsseite erreicht wird. Dabei soll eine mindestens gleichbleibende oder möglichst verbesserte Mischgüte (Effektivität des Mischvorganges) erzielt werden.

Diese Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Merkmale in Anspruch 1 gelöst; die hierauf bezogenen Unteransprüche beinhalten vorteilhafte Ausführungsformen dieser Lösung.

Das Führungsbauteil des Mikrovermischers ist so gestaltet, daß sich die hierin angeordneten zwischen der Fluideintrittsseite und der Mischkammer schlitzförmig verlaufenden Kanäle in Richtung der Fluidaustrittsseite in ihrem Querschnitt verjüngen. Die einzelnen Zuführungskanäle verlaufen dabei von den mindestens zwei Fluidzuführungskammern schräg zur Mikrovermischer-Längsachse, wobei sich benachbarte Kanäle, welche Fluide aus unterschiedlichen Zuführungskammern enthalten, berührungslos kreuzen und über eine gemeinsame Austrittsquerschnittsfläche in die Mischkammer ausmünden. Die an die Mischkammer angrenzenden Mündungen der schlitzförmigen Kanäle liegen fluchtend übereinander. Durch die Einführung einer zweiten Mischstufe in der Mischkammer in Gestalt eines die Strömung unterteilenden Gebildes (z. B. eines Gitters) wird die Turbulenz in der Mischkammer erhöht und damit die Mischereffektivität gesteigert.

Durch die Vergrößerung der Kanalquerschnitte in Richtung der Eintrittseite reduziert sich die Strömungsgeschwindigkeit eines hierin strömenden Fluids bei gleichbleibendem Volumenstrom mit der Erweiterung des Kanals. Durch die größeren Kanalquerschnitte und die geringere Strömungsgeschwindigkeiten reduzieren sich die Reibungsdruckverluste in den Fluiden zwischen Eintritts- und Austrittsseite des Führungsbauteils. Darüber hinaus reduziert sich durch eine lokale Erweiterung der Kanäle auch die Gefahr des Zusetzens durch Verunreinigungen.

Ein Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Mikrovermischers sowie ein Verfahren zur Herstellung desselben werden im folgenden anhand der Zeichnungen erläutert:

- Fig. 1 zeigt das Führungsbauteil des Mikrovermischers perspektivisch und in starker Vergrößerung als Prinzipskizze.
- Fig. 2 zeigt das Führungsbauteil schematisch in Draufsicht jeweils von der Kanaleintritts- (Fig. 2a) sowie von der Kanalaustrittsseite (Fig. 2b).
- Fig. 3 zeigt drei Beispiele für drei verschiedene Ausführungsformen einer Kanalaustrittsseite, welche mit in Strömungsrichtung ausgerichteten Führungsstegen versehen sind.
- Fig. 4 zeigt den Mikrovermischer mit Führungsbauteil, der Mischkammer und den Zu- und Ableitungskomponenten. Hinter der Kanalaustrittseite ist im Fluidstrom zusätzlich ein Gitter angeordnet.
- Fig. 5 veranschaulicht ein spezielles Herstellverfahren für das Führungsbauteil.
- Fig. 6 zeigt in einem Diagramm die Produktselektivität X(Q) [-] des Produktes Q der zur Bestimmung der Mischgüte des Mikrovermischers verwendeten Testreaktion im Vergleich zu einer vorbe-

kannten Mikrovermischerausführung, aufgetragen über der mittleren Gesamt-Energiedichte E  $[J/m^3]$ .

Gemäß Fig. 1 bis 4 besteht das Führungsbauteil 1 aus Metall, Kunststoff oder Keramik. Die Strömungsrichtung der einzelnen Fluidströme a und b verlaufen von den Kanaleintrittsseiten 2a und 2b zur Kanalaustrittseite 3a und 3b in eine gemeinsame Mischkammer 4 und bilden den gemeinsamen Fluidstrom c. Die Kanäle 5a und 5b weisen an der Austrittsseite der Ausführungsform, welche für die Ermittlung der Daten für die in Fig. 6 dargestellte Meßkurve herangezogen wurde, eine Höhe von ca. 150 μm bei einer Schlitzbreite von 9 mm, auf der Eintrittsseite eine Höhe von ca. 1,5 mm bei einer Schlitzbreite von ca. 11mm auf. Die Wanddicken zwischen zwei Kanälen auf der Austrittsseite betragen dabei ca. 150 μm.

Für eine gezielte Führung der Strömung der Fluide a und b an den Kanalaustrittsseiten 3a und 3b können die Kanäle mit in Strömungsrichtung der Fluide (Pfeile a und b) ausgerichteten Stegen
6 versehen werden. Fig. 3 zeigt drei verschiedene Anordnungen
für diese Führungsstege an der Kanalaustrittsseite. Ferner kann,
wie in Fig. 4 an der Gesamtanordnung eines Mikrovermsichers dargestellt, in der Mischkammer 4 eine die Strömung unterteilendes
Gebilde z. B. in Gestalt eines Gitters 13 angeordnet sein.

Besteht das Führungsbauteil aus Metall oder einer elektrisch leitfähigen Keramik, kann dieses, wie in Fig. 5 dargestellt, mittels Drahterosion mit nur einem Schnitt pro Fluidstrom a bzw. b hergestellt werden. Für dieses Herstellverfahren ist eine stromleitende und frei schwenkbare Einspannung 7 für das Führungsbauteil 1 vorzusehen. Hierzu ist zunächst für jede Kanalgruppe 5a bzw. 5b eines Fluidstromes eine Bohrung 8a bzw. 8b als Startpunkt für das Drahterodierverfahren vorzusehen, in die der Draht 9 eingefädelt wird. Für den späteren Einsatz müssen die Bohrungen 8a und 8b sowie die Hilfsschnitte 10a bzw. 10b sowohl eintritts- als auch austrittsseitig mit je einer Platte 11 bzw. 12 abgedeckt werden, wobei die Bereiche der Kanaleintrittsseiten

2a und 2b und der Kanalaustrittsseite 3a bzw. 3b in diesen ausgespart sind (siehe Fig. 4).

Zur vergleichenden Beurteilung der Vermischungseffektivität verschiedener Mikrovermischertypen wurde in einem Testverfahren eine Azokupplungsreaktion von 1- und 2- Naphtol (Stoff x bzw. x`) mit 4-Sulfonsäurebenzoldiazoniumsalz (Stoff y) eingesetzt. Bei der Reaktion handelt es sich um eine Parallelreaktion mit dem im folgenden dargestellten Reaktionsschema

$$x + y \rightarrow R$$
  
 $x + y \rightarrow Q$ 

Das zweite Produkt Q kann auf einfache Weise mit Hilfe von Absorptionsspektren analysiert werden. Die Güte des Mischvorgangs wird dabei durch die Selektivität X(Q) des Produkts Q beurteilt: Kommt es zu einer sofortigen und vollständigen Vermischung aller beteiligten Stoffe x, x` und y in einer Mischkammer, stellt sich für die Selektivität X(Q) bei den gewählten Konzentrationsverhältnissen ein Wert von 0,1 ein. Je mehr von dem Produkt Q zu Ungunsten des Produkts R gebildet wird, desto schlechter ist die Vermischung.

Die Selektivität X(Q) [-] des Produkts Q aufgetragen über die mittlere Gesamt-Energiedichte E

$$E = \Delta p_1 \bullet (\mathring{V}_1 / \mathring{V}_{ges}) + \Delta p_2 \bullet (\mathring{V}_2 / \mathring{V}_{ges})$$
 [J/m<sup>3</sup>],

 $(p_i = \text{Druckverlust der Passage i, V}_i = \text{Volumenstrom der Passage i, V}_{ges} = \text{Gesamtvolumenstrom})$  ist in Fig. 6 für den Mikrovermischer gemäß Anspruch 1 mit und ohne nachgeschaltetem Gitter 13 (Punkteschar B bzw. C) im Vergleich mit dem Mikrovermischer aus DE 44 16 343 C2 (Punkteschar A) aufgetragen. Ein Mikrovermischer mit hoher Effizienz weist sich einerseits durch eine möglichst geringen Druckverlust, ein Maß für den Energieaufwand bzw. der Gesamt-Energiedichte im Mischungsvorgang, andererseits durch eine geringe Selektivität X(Q) des Produktes Q aus. Deutlich erkennbar ist, daß eine bestimmte Selektivität X(Q) bzw. eine be-

stimmte Mischgüte des Mikrovermischers gemäß dieser Anmeldung bereits bei einer wesentlich geringeren Gesamtenergiedichte E erreicht wird als bei dem vorbekannten Mikrovermischerkonzept. Die Effektivität des Mischvorgangs läßt sich noch steigern, wenn hinter der Austrittsseite des Führungsbauteils ein Gitter 13 durchströmt wird. Diese Modifikation ist in Fig. 4 an der Anordnung eines kompletten Mikrovermischers dargestellt. Das eingesetzte Gitter 13 hat eine Maschenweite von ca. 200 µm und befindet sich in der Mischkammer 4 im Abstand von ca. 1000 µm zu den Kanalaustrittsseiten 3a, b des Führungsbauteiles 1. Ferner sind in Fig. 4 die Zuleitungen 14a und 14b, die Fluidstöme a und b sowie die Abflußleitung 15 dargestellt.

### Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft einen statischen Mikrovermischer mit wenigstens einer Mischkammer und einem vorgeschalteten Führungsbauteil für die getrennte Zuführung von zu mischenden oder zu dispergierenden Fluiden, welches mit schräg zu der Mikrovermischerlängsachse verlaufenden schlitzförmigen Kanälen durchzogen ist und bei dem sich die Kanäle berührungslos im Wechsel kreuzen und in eine Mischkammer einmünden und dort einen gemeinsamen Austrittsquerschnitt bilden. Die Aufgabe der Erfindung besteht ausgehend von dem Stand der Technik darin, bei einem statischen Vermischer der gattungsgemäßen Bauart das Führungsbauteil für die Zuführung der zu vermischenden Fluide zur Mischkammer so zu gestalten, daß eine weitere Verminderung der Druckverluste der Fluide im Führungsbauteil zwischen Eintritts- und gemeinsamer Austrittsseite erreicht wird. Dabei soll eine mindestens gleichbleibende oder möglichst verbesserte Mischgüte (Effektivität des Mischvorganges) erzielt werden. Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß sich die Kanäle für mindestens ein Teil der zu vermischenden Stoffströme im Querschnitt in Richtung der Eintrittsseite vergrößern.











